# บทที่ 3

## เครื่องมือและวิธีการทดลอง

### 3.1 สารเคมี

1. ไมโนเมอร์สไตรีน(บริษัท ดาวเคมีคัลประเทศไทย จำกัด) ที่ผ่านกระบวนการทำให้บริสุทธิ์
2. เบนโซอิลเปอร์ออกไซด์ (ความบริสุทธิ์ร้อยละ 97)
3. ไดไวนิลเบนซีน (ความว่องไวต่อปฏิกิริยาร้อยละ 55, บริษัท ดาวเคมีคัลประเทศไทย จำกัด)
4. Hydroxy propyl methyl cellulose: HPMC 100%; Methocel K4M (บริษัท ดาวเคมีคัลประเทศไทย จำกัด)
5. Hydroxy ethyl cellulose HEC 90.8% Cellosize QP-100M-H บริษัท ยูเนียนคาร์ไบด์ จำกัด
6. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (ความบริสุทธิ์ร้อยละ 97)
7. ตัวทำละลายอินทรีย์ที่มีค่าพารามิเตอร์แห่งการละลาย 8.6-10 (แคลอรี/ซม.$^3$)

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

### 3.2 อุปกรณ์การทดลอง

1. ขวด 5 คอขนาด 500 ลบ.ซม.
2. เครื่องกวนที่ปรับความเร็วรอบได้
3. reflux condenser
4. เทอร์โมมิเตอร์
5. หลอดนำก๊าซ

7. heating mental
8. ข้อต่อทางตรง 1 อัน
9. อุปกรณ์ทดลองที่จำเป็นสำหรับการสังเคราะห์และการตรวจการดูดซึมและคายตัวทำละลาย

## 3.3 การสังเคราะห์บีดดูดซึมสไตรีน

### 3.3.1 การล้างไมโนเมอร์

ก่อนทำการกลั่นไมโนเมอร์ต้องมีการล้างไมโนเมอร์ โดยนำไมโนเมอร์มา 250 ลบ.ซม. ใส่ในกรวยแยกขนาด 1000 ลบ.ซม. ล้างด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นร้อยละ 10 โดยปริมาตรในกรวยแยก เพื่อกำจัดตัวยับยั้งปฏิกิริยา ล้างด้วยน้ำเพื่อกำจัดสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่เหลืออยู่ โดยทดสอบด้วยกระดาษลิตมัสจนเป็นกลาง แล้วดูดความชื้นด้วยสารละลายโซเดียมซัลเฟตร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก

### 3.3.2 การกลั่นไมโนเมอร์

จัดอุปกรณ์ตามรูปที่ 3.1 นำไมโนเมอร์ที่ล้างแล้วใส่ในชุดกลั่น แล้วตั้งอุณหภูมิของชุดควบคุมอุณหภูมิให้สูงที่สุด เพื่อป้องกันการเกิดโพลิเมอร์จะเกิดก่อนที่สไตรีนจะเดือด ถ้าปรากฏการณ์ดังกล่าวเกิดขึ้นจะกลั่นสไตรีนไม่ออก หลังจากสไตรีนเริ่มเดือดแล้ว ต้องลดอุณหภูมิลงเพื่อป้องกันสไตรีนล้นออกมายังขวดเก็บสารตัวอย่าง เมื่อกลั่นเสร็จนำไมโนเมอร์ไปเก็บไว้ที่ตู้แช่เย็นอุณหภูมิต่ำกว่า 10° ซ. และป้องกันไม่ให้ถูกแสงแดดด้วยเพื่อป้องกันการเกิดโพลิเมอร์

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

### 3.3.3 การสังเคราะห์

| องค์ประกอบ | | ร้อยละ |
|---|---|---|
| วัฏภาคของน้ำ: | สารแขวนลอย HPMC | 0.4 |
| | HEC | 0.076 |
| | โซเดียมไบคาร์บอเนต | 2 |

| | | |
|---|---|---|
| วัฏภาคของไมโนเมอร์: | ไมโนเมอร์สไตรีน | 99.4 |
| | เบนโซอิลเปอร์ออกไซด์ | 0.3 |
| | ไดไวนิลเบนซีน | 0.3 |

วิธีทดลอง

เตรียมสารละลายของสารแขวนลอยตามองค์ประกอบข้างบน และใส่ในขวด 5 คอ ขนาด 500 ลบ.ซม. โดยต่อกับ reflux condenser เทอร์โมมิเตอร์ ท่อนำก๊าซและเครื่องกวนปรับความเร็วรอบดังรูปที่ 3.2 หลังจากนั้นทำสารละลายให้มีอุณหภูมิสูงถึง 70°ซ. นาน 20 นาที เตรียมสารละลายโมโนเมอร์โดยชั่งโมโนเมอร์ 30 กรัม เบนโซอิลเปอร์ออกไซด์ 0.09 กรัม พร้อมทั้งไดไวนิลเบนซีน 0.09 กรัม ใส่ในชุดทดลองที่มีสารละลายของสารแขวนลอยอยู่โดยมีการเปลี่ยนอัตราส่วนของโมโนเมอร์ หลังจากนั้นเริ่มกวนด้วยความเร็วรอบ 250 รอบต่อนาที พร้อมรักษาอุณหภูมิให้คงที่ที่ 70°ซ. นาน 2 ชม. แล้วเพิ่มอุณหภูมิเป็น 90°ซ. นาน 4 ชม. เมื่อปฏิกิริยาเกิดขึ้นโดยสมบูรณ์จะได้บีดของโพลิเมอร์มีลักษณะดังรูปที่ 3.3 แล้วทำการทดลองโดยเปลี่ยนปริมาณโมโนเมอร์ตามตารางที่ 3.1 นอกจากนี้เติมตัวทำเจือจางและตัวยับยั้งปฏิกิริยาดังตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.1 ผลของปริมาณโมโนเมอร์ อุณหภูมิ เวลาและปริมาณสารแขวนลอยต่อปฏิกิริยาการเกิดโพลิเมอร์

| การทดลอง | เวลา(ชม.)ที่อุณหภูมิ | | ร้อยละ | ร้อยละ | ร้อยละ |
|---|---|---|---|---|---|
| | (70°ซ.) | (90°ซ.) | HPMC | HEC | โมโนเมอร์ |
| 1 | 4 | 2 | 0.4 | 0.076 | 30.0 |
| 2 | 4 | 2 | 0.4 | 0.076 | 20.0 |
| 3 | 4 | 2 | 0.4 | 0.076 | 10.0 |
| 4 | 4 | 2 | 0.4 | 0.076 | 7.5 |
| 5 | 4 | 2 | 0.4 | 0.076 | 5.0 |

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 3.1 (ต่อ)

| การทดลอง | เวลา(ชม.)ที่อุณหภูมิ | | ร้อยละ | ร้อยละ | ร้อยละ |
|---|---|---|---|---|---|
| | (70°ซ.) | (90°ซ.) | HPMC | HEC | ไมโนเมอร์ |
| 6 | 3 | 3 | 0.4 | 0.076 | 7.5 |
| 7 | 2 | 4 | 0.4 | 0.076 | 7.5 |
| 8 | 5 | 1 | 0.4 | 0.076 | 7.5 |
| 9 | 3 | 3 | 0.8 | - | 7.5 |
| 10 | 3 | 3 | 0.2 | 0.114 | 7.5 |
| 11 | 3 | 3 | 0.4 | 0.090 | 7.5 |

วัฏภาคน้ำ : HPMC ,HEC, โซเดียมไบคาร์บอนเนตร้อยละ 2.0

วัฏภาคไมโนเมอร์: ไมโนเมอร์สไตรีนร้อยละ 99.4 เบนโซอิลเปอร์ออกไซด์ ร้อยละ 0.3 ไดไวนิลเบนซีนร้อยละ 0.3

หมายเหตุ

การทดลองที่ 1-5 ผลของปริมาณไมโนเมอร์ต่อปฏิกิริยาการเกิดโพลิเมอร์

การทดลองที่ 4,6-8 ผลของเวลาต่อปฏิกิริยาการเกิดโพลิเมอร์

การทดลองที่ 6,9-11 ผลของปริมาณสารแขวนลอยต่อปฏิกิริยาการเกิดโพลิเมอร์

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

I17837192

ตารางที่ 3.2 ผลของตัวทำเจือจางและตัวยับยั้งปฏิกิริยาต่อปฏิกิริยาการเกิดโพลิเมอร์

| การทดลอง | เวลา(ชม.)ที่อุณหภูมิ | | ร้อยละ ตัวยับยั้ง ปฏิกิริยา | ร้อยละ ตัวทำ เจือจาง | ร้อยละ โมโนเมอร์ |
|---|---|---|---|---|---|
| | (70°ซ.) | (90°ซ.) | | | |
| 12 | 3 | 3 | – | 0.02 | 7.5 |
| 13 | 3 | 3 | – | 0.01 | 7.5 |
| 14 | 3 | 3 | – | 0.006 | 7.5 |
| 15 | 3 | 3 | 0.01 | – | 7.5 |
| 16 | 3 | 3 | 0.008 | – | 7.5 |
| 17 | 3 | 3 | 0.008 | – | 7.5 |

วัฏภาคน้ำ: HPMC ร้อยละ 2, HEC ร้อยละ 0.114, โซเดียมไบคาร์บอเนต ร้อยละ 2.0

วัฏภาคโมโนเมอร์: โมโนเมอร์สไตรีนร้อยละ 99.4, เบนโซอิลเปอร์ออกไซด์ ร้อยละ 0.3, ไดไวนิลเบนซีนร้อยละ 0.3

ศูนย์วิทยทรัพยากร

หมายเหตุ

การทดลองที่ 12-14 ผลของปริมาณตัวทำเจือจางต่อปฏิกิริยาการเกิดโพลิเมอร์

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

การทดลองที่ 15-17 ผลของปริมาณตัวยับยั้งปฏิกิริยาต่อปฏิกิริยาการเกิดโพลิเมอร์

3.4 การเกิดโพลิเมอร์แบบแขวนลอยเลี้ยงบีด

| องค์ประกอบ | | ร้อยละ |
|---|---|---|
| วัฏภาคของน้ำ: | สารแขวนลอย HPMC | 0.2 |
| | HEC | 0.114 |
| | โซเดียมไบคาร์บอเนต | 2 |
| วัฏภาคของไมโนเมอร์: | ไมโนเมอร์สไตรีน | 99.4 |
| | เบนโซอิลเปอร์ออกไซด์ | 0.3 |
| | ไดไวนิลเบนซีน | 0.3 |
| | ไปแทสเซียมไฮโดรวินโนมซัลเฟต | 0.01, 0.008, 0.004 |

วิธีทดลอง

นำบีดที่ได้จากการสังเคราะห์มาผ่านตระแกรงแยกขนาด นำบีดไปชั่ง 3 กรัม แช่ในสารละลายไมโนเมอร์ที่เตรียมเช่นเดียวกับตอนที่ใช้ในการสังเคราะห์โพลิเมอร์นาน 14 ชม. ในภาชนะปิดที่อุณหภูมิห้องเพื่อให้บีดบวมเต็มที่ นำบีดที่บวมเต็มที่แล้วผ่านตระแกรงเพื่อกำจัดไมโนเมอร์ที่ไม่ถูกดูดซึมออกนำบีดดังกล่าวใส่ในชุดทดลองขนาด 500 ลบ.ซม. ที่มีสารละลายของสารแขวนลอยอยู่ ซึ่งปรับอุณหภูมิคงที่ที่ 70°ซ. เริ่มกวนที่ความเร็วรอบ 250 รองต่อนาทีพร้อมทั้งปรับอุณหภูมิให้คงที่ 70°ซ. นาน 4 ชม. หลังจากนั้นปรับอุณหภูมิให้สูงขึ้นเป็น 90°ซ.นาน 2 ชม. เมื่อได้เวลาแล้วนำบีดออกจากชุดทดลอง บีดที่ได้จากการเลี้ยงครั้งนี้มีรูปร่างและลักษณะดังรูปที่ 3.4 และทดลองแบบเดียวกับโดยเปลี่ยนตารางเวลาตามตารางที่ 3.3

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 3.3 อิทธิพลของอุณหภูมิและเวลาต่อปฏิกิริยาการเกิดโพลิเมอร์ที่มีการเลี้ยงบีด

| การทดลองที่ | เวลา(ชม.)ที่อุณหภูมิ | | จำนวนครั้งที่เลี้ยงบีด |
|---|---|---|---|
| | (70°ซ.) | (90°ซ.) | |
| 18 | 2 | 10 | 1 |
| 19 | 4 | 8 | 1 |
| 20 | 2 | 4 | 1 |
| 21 | 3 | 3 | 1 |
| 22 | 4 | 2 | 1 |
| 23 | 2 | 4 | 2 |
| 24 | 3 | 3 | 2 |
| 25 | 4 | 2 | 2 |
| 26 | 4 | 2 | 1 |
| 27 | 4 | 2 | 1 |

หมายเหตุ

การทดลองที่ 18–19 ปฏิกิริยาการเกิดโพลิเมอร์ที่มีการเลี้ยงบีด 1 ครั้ง 12 ชม. บีดที่ใช้นำมาจากการทดลองที่ 10

การทดลองที่ 20–22 ปฏิกิริยาการเกิดโพลิเมอร์ที่มีการเลี้ยงบีด 1 ครั้ง 6 ชม. บีดที่ใช้นำมาจากการทดลองที่ 10

การทดลองที่ 23–25 ปฏิกิริยาการเกิดโพลิเมอร์ที่มีการเลี้ยงบีด 2 ครั้ง 6 ชม. บีดที่ใช้นำมาจากการทดลองที่ 10

การทดลองที่ 26 ปฏิกิริยาการเกิดโพลิเมอร์ที่มีการเลี้ยงบีด 1 ครั้ง 6 ชม. บีดที่ใช้นำมาจากการทดลองที่ 14

การทดลองที่ 27 ปฏิกิริยาการเกิดโพลิเมอร์ที่มีการเลี้ยงบีด 1 ครั้ง 6 ชม. บีดที่ใช้นำมาจากการทดลองที่ 15

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.5 การศึกษาการแจกแจงของขนาดบีด

นำบีดที่สังเคราะห์ได้จากแต่ละขั้นตอนมาผ่านชั้นของตระแกรงที่เรียงจาก 10 เมช, 20 เมช, 30 เมช และ 40 เมช ตามลำดับ โดยนำบีดใส่ด้านบนแล้วเขย่า สามารถแยกบีดขนาดต่าง ๆ ออกมา ได้ศึกษาการแจกแจงของขนาดบีดโดยวัดค่าเป็นร้อยละ

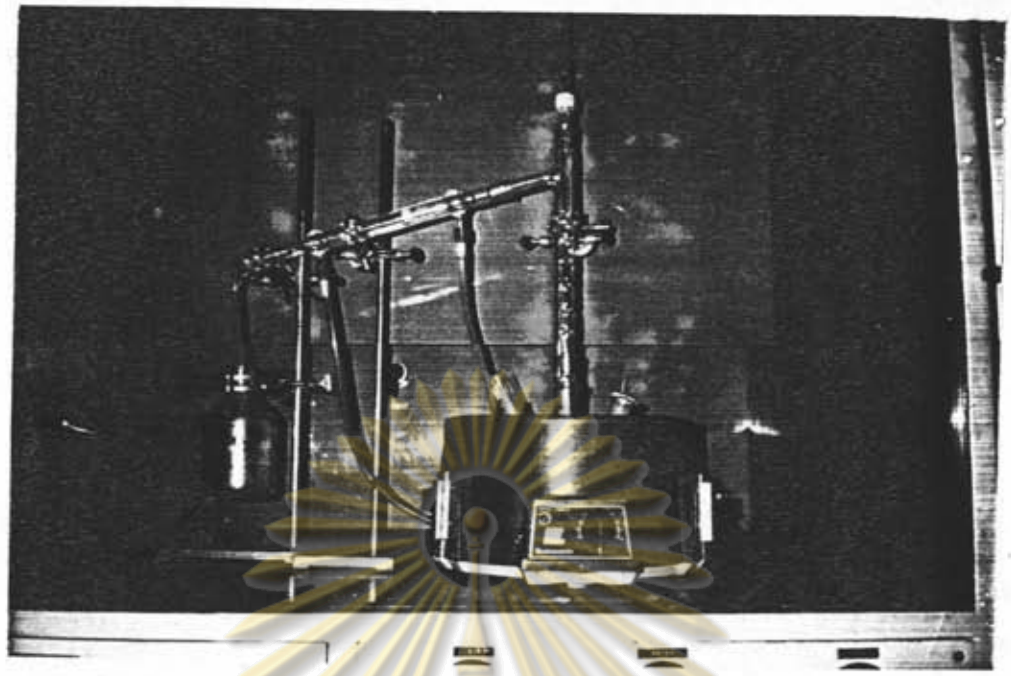
3.6 การศึกษาจุลภาพถ่ายอิเล็กตรอน

นำบีดที่ต้องการศึกษา ไปเคลือบด้วยทอง สำหรับกรณีที่จะศึกษาลักษณะภายในของบีดต้องผ่าบีดก่อนจึงจะนำไปเคลือบด้วยทอง แล้วจึงนำมาเข้าเครื่อง Scanning Electron Microscope โดยปรับกำลังขยายของกล้องตามความเหมาะสม

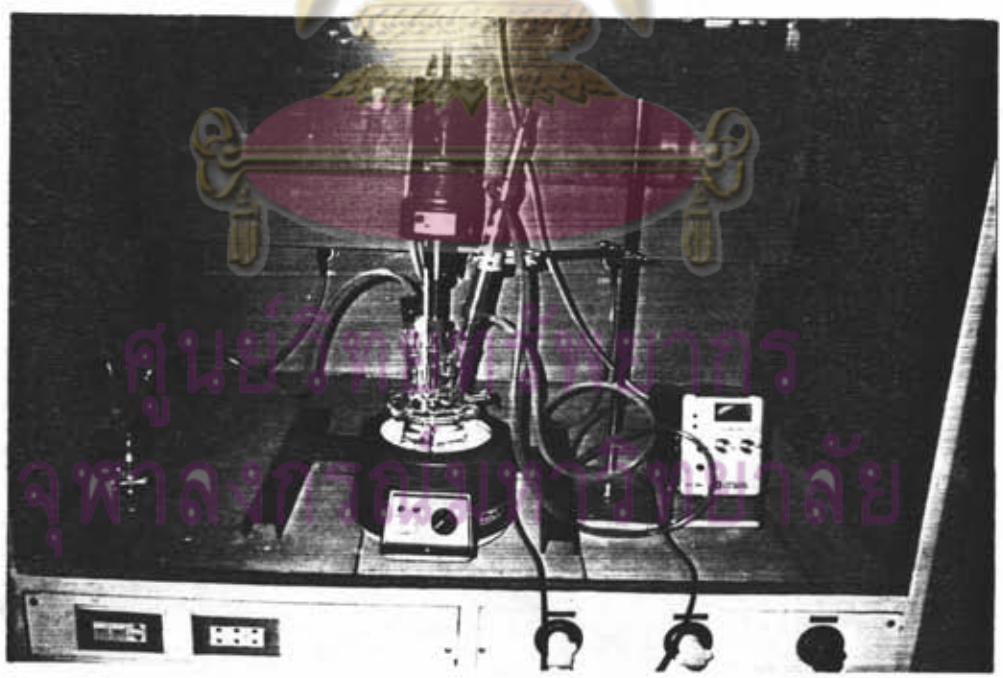
3.7 การศึกษาการดูดซึมและการคายตัวทำละลายของบีดดูดซึมสไตรีน

ก่อนการศึกษาการดูดซึมต้องกำจัดไมโนเมอร์ที่ตกข้างในบีด โดยนำบีดไปแช่ในสารละลายของสารแขวนลอยแล้วไปผ่าน pressure vessel ที่ 70°ซ. 10 ชม. หลังจากนั้นนำบีดที่ผ่านการกำจัดไมโนเมอร์ที่ตกข้างไปแช่ในตัวทำละลายเช่น ไทลูอีน คลอโรฟอร์ม ไซรีน เบนซีน คาร์บอนเตตระคลอไรด์ เมทิลเอทิลคีโตน คลอโรเอทิลีน เฮกเซน น้ำมันสน เป็นต้น ที่บรรจุอยู่ในปิกเกอร์ขนาด 50 ลบ.ซม. วัดการบวมของบีดด้วยกล้อง stereomicroscope (กำลังขยาย 16 เท่า) โดยการวัดเส้นผ่านศูนย์กลางของบีดเปลี่ยนไปกับเวลา จนบีดหยุดบวมตัว สำหรับการคายตัวทำละลายทำโดยนำบีดที่อิ่มตัวด้วยตัวทำละลายไปวางบนกระดาษกรองเบอร์ 2 ในภาชนะที่ปิดสนิทเพื่อป้องกันการระเหยของตัวทำละลาย พร้อมทั้งศึกษาการคายตัวทำละลายด้วยกล้อง stereomicroscope โดยการวัดการเปลี่ยนแปลงผ่านศูนย์กลางของบีดกับเวลาจนกระทั่งเส้นผ่านศูนย์กลางคงที่ นั่นคือ บีดหยุดการหดตัว

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

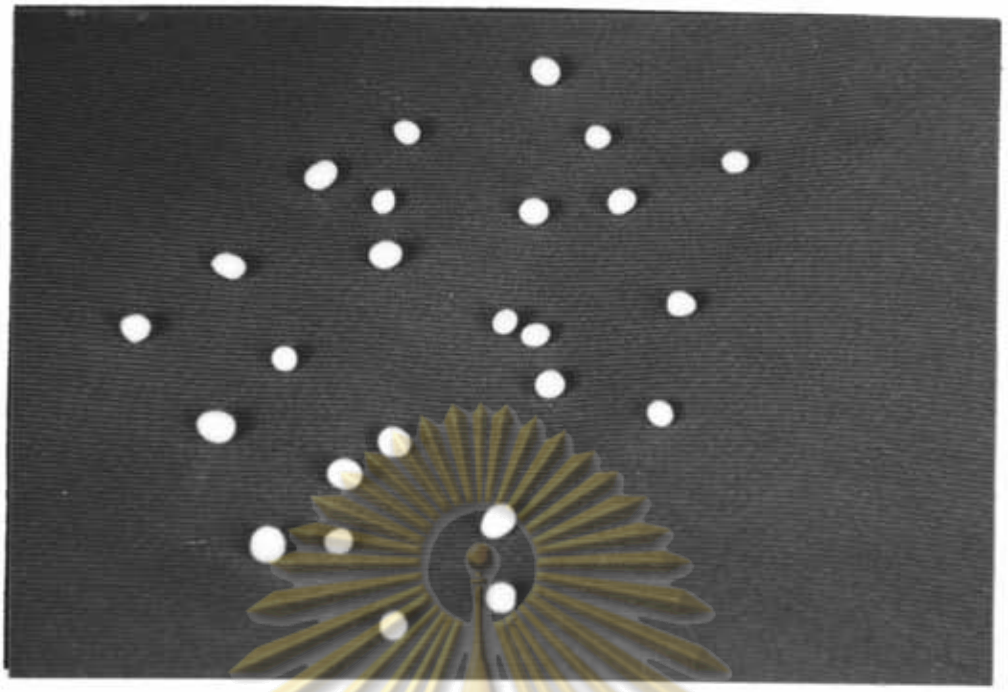


รูปที่ 3.1 อุปกรณ์การกลั่นไมโครเมอร์



รูปที่ 3.2 อุปกรณ์สังเคราะห์โพลิเมอร์

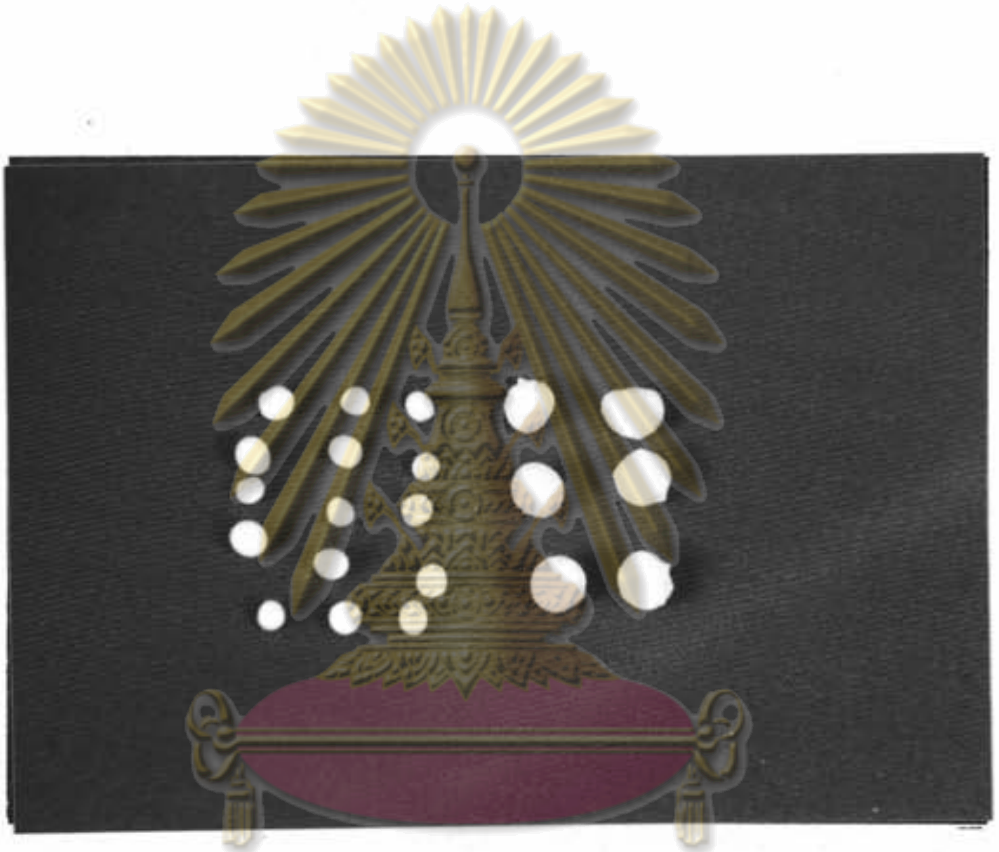
ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 3.3 บีดดูดซึมสไตรีนที่สังเคราะห์ได้

รูปที่ 3.4 บีดดูดซึมสไตรีนที่ผ่านกระบวนการเกิดโพลิเมอร์ที่มีการเลี้ยงบีด

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



ศูนย์วิทยทรัพยากร

รูปที่ 3.5 เปรียบเทียบขนาดของบีดดูดซึมสไตรีนที่สังเคราะห์และที่ผ่านการเลี้ยงบีดแล้ว

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

วิธีทดลอง

DVB
เบนโซอิลเปอร์ออกไซด์

HPMC
HEC
$Na(HCO_3)$

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

รูปที่ 3.6 แผนผังขั้นตอนการทดลอง